

APORTE DEL LABORATORIO DE TRAZAS EN METROLOGÍA QUÍMICA PARA LA DETERMINACIÓN DE MERCURIO EN MATRICES DE INTERÉS AMBIENTAL

M. Peralta⁽¹⁾, O. Acosta⁽¹⁾, H. Lozano⁽¹⁾, M. Strático⁽¹⁾, M. Puelles⁽¹⁾

mperalta@inti.gov.ar

⁽¹⁾ Dto. de Metrología en Ambiente y Salud –Dirección de Metrología Química-SOMCel- GOMyC.

Palabras Clave: Mercurio; Metrología Química; Absorción atómica.

INTRODUCCIÓN

El mercurio es tóxico para la salud humana y representa una amenaza particular para el desarrollo del niño en el útero y en la temprana edad. [1]

En este sentido, el convenio de Minamata, ratificado por Argentina en el año 2017 mediante la ley 27.356, tiene por objetivo proteger la salud humana y al ambiente de las emisiones y liberaciones antropogénicas de mercurio y compuestos de mercurio. [2]

En este contexto, es indispensable el aseguramiento de la calidad de las mediciones de contenido de mercurio.

El INTI, en su rol de Instituto Nacional de Metrología, tiene por objetivo contribuir al sostenimiento de la cadena de trazabilidad, mediante la asignación de valor, provisión de materiales de referencia, la participación y organización de ensayos de aptitud.

OBJETIVOS

Desarrollar procedimientos metrológicos para la determinación de mercurio en distintas matrices: soluciones ácidas, biomarcadores (como cabello humano), pescados y mariscos.

DESARROLLO

Inicialmente la muestra se somete a un tratamiento de digestión para destruir la materia orgánica empleando un microondas marca MILESTONE, modelo ULTRAWAVE ECR. Este equipo posee una tecnología particular donde la reacción se produce en una cámara presurizada a 40 bar con nitrógeno y esto permite realizar digestiones rápidas y con poca cantidad de muestra.

Para llevar a cabo la despresurización, se refrigera la cámara y por debajo de los 25°C se comienza a liberar presión en intervalos de 1 bar/min. De esta forma se evitan pérdidas de mercurio por diferencias de presión o por altas

temperaturas. Las muestras digeridas son analizadas utilizando un equipo de absorción atómica para la cuantificación de mercurio por generación de vapor frío marca Perkin Elmer, modelo FIMS 400. Este equipo es específico para la determinación de mercurio total por transformación en mercurio metálico, el cual es generado químicamente mediante la adición de cloruro estannoso como agente reductor. El vapor de mercurio, libre de interferencias, es arrastrado, hasta la celda de cuarzo donde se registra la absorbancia de la muestra.

La cuantificación se realiza utilizando una curva de calibración externa con concentraciones de mercurio entre 0,5 y 4 µg/kg. La curva de calibración se prepara gravimétricamente, utilizando el Material de Referencia Certificado 3133 provisto por el *National Institute of Standards and Technology* (NIST), de concentración nominal de mercurio de 10000 mg/kg. Como control externo se utiliza un material de referencia certificado de mercurio en proteína de pescado DORM4 provisto por el *National Research Council* (NRC) con concentración de mercurio de 0,41 mg/kg.



Figura 1: Materiales de referencia certificados NIST3133 y NRC DORM 4.

Tanto las soluciones de calibración como los controles de curva se preparan en el día de la medición, debido a la naturaleza volátil del mercurio.

El mercurio en solución ácida es más estable en su estado oxidado. Para mantener el mercurio oxidado, todos los puntos de la curva, los controles y cada una de las muestras son adicionadas con permanganato de potasio hasta su medición. Justo antes que la muestra ingrese al equipo, se adiciona hidroxilamina para reducir al permanganato de potasio.

El desempeño de los métodos desarrollados fue evaluado en el marco de la comparación *Global Assessment of Laboratories Analyzing Mercury*, organizado por las Naciones Unidas [3].

RESULTADOS

En la figura 2 se muestran los resultados correspondientes a las comparaciones para las tres matrices analizadas, expresados como *z-score*.

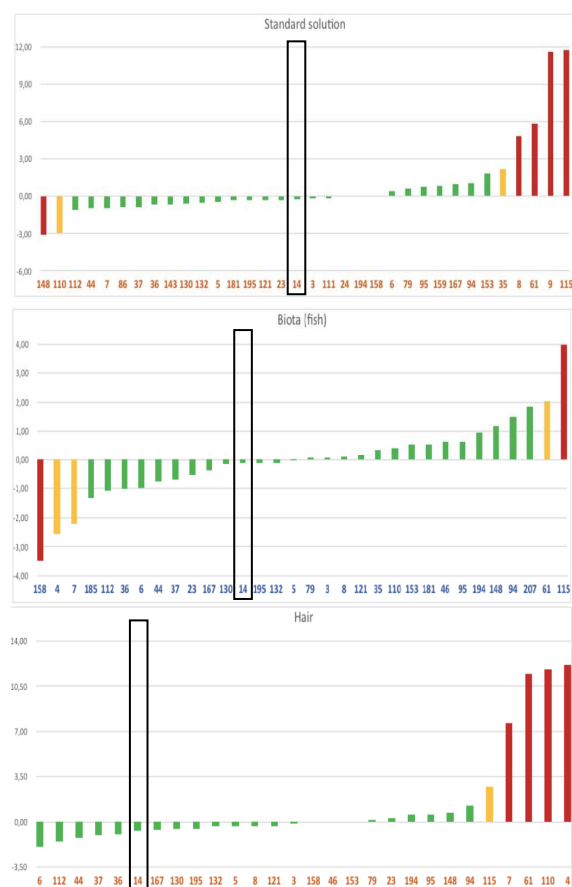


Figura 2: Resultados de la comparación piloto organizada por las Naciones Unidas. Arriba: soluciones ácidas. Centro: Pescado. Abajo: Cabello humano. El código de laboratorio correspondiente a INTI es el señalado.

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

Los métodos desarrollados permitieron la cuantificación de mercurio en las matrices mencionadas. La buena correlación entre los resultados reportados en la comparación piloto y los valores de consenso permiten demostrar competencia en la medición de mercurio, lo que repercute de manera positiva en el aseguramiento de la calidad de las mediciones y contribuye al posicionamiento del INTI como laboratorio de referencia.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a M. en C. María del Rocío Arvizu Torres de Centro Nacional de Metrología (CENAM) de México por la capacitación brindada en análisis de mercurio.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Organización Panamericana de la Salud. Seguridad Química. Mercurio.

URL: <https://www.paho.org/es/temas/seguridad-quimica/mercurio>

[2] Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, Control y Monitoreo Ambiental, Convenio de Minamata

URL: <https://www.argentina.gov.ar/ambiente/control/acuerdos/minamata>

[3] United Nations Environment Programme, "Final Report: Global Assessment of Laboratories Analyzing Mercury First Round", 2018.